



Государственный комитет
Совета Министров СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 592823

(61) Дополнительное к авт. свид-ву —

(22) Заявлено 23.12.75 (21) 2302687/23-04

с присоединением заявки № —

(23) Приоритет —

(43) Опубликовано 15.02.78. Бюллетень № 6

(45) Дата опубликования описания 01.03.78

(51) М.Кл.² С 07 D 241/44//
А 61 К 31/495

(53) УДК 547.863.07
(088.8)

(72) Автор
изобретения

В. А. Сергеев

(71) Заявитель

Ленинградский химико-фармацевтический институт

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 5-АМИНО-2,3-ДИМЕТИЛХИНОКСАЛИНА

1

Изобретение относится к новому способу получения 5-амино-2,3 - диметилхиноксалина, который проявляет биологическую активность, и может найти применение в медицине.

Известен способ получения 5-амино-2,3-диметилхиноксалина, заключающийся в том, что 1,2,3-триаминобензол подвергают взаимодействию с диметилглиоксимом при 78—82° С в присутствии едкого натра [1].

Недостатком известного способа получения 5-амино-2,3 - диметилхиноксалина является трудная доступность исходного соединения — 1,2,3-триаминобензола, получаемого многостадийно из ортофенилендиамина, который сначала превращают в бенз-2,1,3-тиадиазол, далее нитруют и подвергают восстановительному расщеплению с помощью цинковой пыли и соляной кислоты [2].

Цель изобретения — упрощение процесса.

Указанная цель достигается тем, что 2,3-диметилхиноксалин подвергают взаимодействию с сульфатом гидроксиламина в концентрированной серной кислоте в присутствии пятиокси ванадия при 100±0,5° С.

Пример 1. К раствору 0,52 г (0,0033 мол) 2,3-диметилхиноксалина в 10 мл концентрированной серной кислоты при 100° С прибавляют 0,27 г (0,0033 мол) сульфата гидроксиламина, 0,02 г пятиокси ванадия и выдерживают при перемешивании 5 ч.

2

Реакционную массу охлаждают и выливают при перемешивании в 100 мл воды, подщелачивают на холоду 20%-ным раствором едкого натра, экстрагируют этилацетатом.

Экстракт испаряют при комнатной температуре, остаток растворяют в четыреххлористом углеороде и хроматографируют на колонке с активированной окисью алюминия. Хроматограмму проявляют четыреххлористым углеородом. Желтую зону отделяют, элюируют ацетоном, элюат испаряют. Остаток — желтый порошок с т. пл. 164—165° С.

Выход 0,07 г (20%, считая на вступивший в реакцию 2,3-диметилхиноксалин).

Найдено N, %: 23,84, 23,88.

C₁₀H₁₁N₃.

Вычислено N, %: 24,28.

Т. пл. ацетильного производного 197—198° С (из 30% спирта).

Найдено N, %: 19,36, 19,60.

C₁₂H₁₃N₃O.

Вычислено N, %: 19,54.

После испарения растворителя получают 0,19 г исходного 2,3-диметилхиноксалина.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ получения 5-амино-2,3-диметилхи-

ноксалина, отличающийся тем, что, с целью упрощения процесса, 2-3-диметилхиноксалин подвергают взаимодействию с сульфатом гидроксиламина в концентрированной серной кислоте в присутствии пятиокиси ванадия при $100 \pm 0,5^\circ \text{C}$.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе:

1. Елина А. С. и др. «N-окиси хиноксалинового ряда», Химико-фармацевтический журнал, № 8, 1971, с. 6—12.

2. Эфрос Л. С., Левит Р. М. «Нитрование диазтиола», «ЖОХ» 23, 1953, с. 1552.

Составитель Т. Якунина

Редактор Н. Попова

Техред Л. Гладкова

Корректор В. Гутман

Заказ 970/2138

Изд. № 192

Тираж 563

Подписное

НПО Государственного комитета Совета Министров СССР

по делам изобретений и открытий
Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Тип. Харьк. фил. пред. «Патент»